

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]A porcelain constituent characterized by comprising the following for use as an opaque object on a dental alloy in manufacture of a restoration thing for dentistry.

SiO_2 48 [about] - 65 % of the weight of abbreviation.

aluminum $_2\text{O}_3$ 10 [about] - 15 % of the weight of abbreviation.

CaO 0.5 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

Li_2O about 1.5- about 3 % of the weight and K_2O about 15- about 17 % of the weight and

Na_2O about 4- about 6 % of the weight and F about 0.4- about 1 % of the weight.

[Claim 2]A porcelain constituent of claim 1 which has a coefficient of thermal expansion in which said porcelain is slightly higher than a dental alloy applied as an opaque object.

[Claim 3]It is a porcelain constituent of claim 1, and a coefficient of thermal expansion is equal to a dental alloy in which said porcelain constituent is applied as an opaque object, or it is a porcelain constituent higher than it only to about $1.5 \times 10^{-6}/^{**}$.

[Claim 4]A porcelain constituent with a coefficient of thermal expansion almost equal to an alloy which has a coefficient of thermal expansion which is in the range of about 15.5 - abbreviation $17 \times 10^{-6}/^{**}$ in a 25-500 ** temperature requirement of claim 1.

[Claim 5]A porcelain constituent of claim 1 which has a coefficient of thermal expansion of about 16.9 - abbreviation $18.5 \times 10^{-6}/^{**}$ in a 25-500 ** temperature requirement.

[Claim 6]A porcelain constituent of claim 1 characterized by comprising the following.

B_2O_3 0 [about] - 0.7 % of the weight of abbreviation.

ZnO 0 [about] - 5 % of the weight of abbreviation.

MgO 0 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

BaO 0 [about] - 1 % of the weight of abbreviation, and TiO_2 0 [about] - 2 % of the weight of abbreviation, ZrO_2 about 0- about 17 % of the weight and ZrSiO_4 about 0- about 7 % of

the weight and CeO_2 about 0- about 1 % of the weight and Ta_2O_5 about 0- about 2 % of the weight and SnO_2 about 0- about 18 % of the weight.

[Claim 7]A step which manufactures dental porcelain powder from a dentistry constituent characterized by comprising the following, A step which forms shape in up to a metal core from dental porcelain powder, and dental porcelain powder in which shape was formed are heated at about 750 ** - about 880 **, A step which welds said dental porcelain powder is included, in a step which manufactures said dental porcelain powder, Maturing temperature is in the range of about 750 ** - about 890 **, How to manufacture a restoration thing for dentistry which measures said metal core to 25 ** - 500 ** and in which a coefficient of thermal expansion of the range of about 15.5 - abbreviation $17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ is shown in a step which fuses said dental porcelain powder to a metal core

SiO_2 48 [about] - 65 % of the weight of abbreviation.

Al_2O_3 10 [about] - 15 % of the weight of abbreviation.

CaO 0.5 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

Li_2O about 1.5- about 3 % of the weight and K_2O about 14- about 17 % of the weight and

Na_2O about 4- about 6 % of the weight and F about 0.4- about 1 % of the weight.

[Claim 8]A method of claim 7 which has a coefficient of thermal expansion which has said porcelain in the range of about 17 - abbreviation $17.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a temperature requirement which are 25 ** - about 470 **.

[Claim 9]A method of claim 7 that a metallic frame contains a gold alloy.

[Claim 10]A method of claim 7 that said porcelain powder is the opaque porcelain.

[Claim 11]A method of claim 10 including applying body porcelain on said opaque porcelain.

[Claim 12]A method of claim 11 including applying incisal porcelain on this body porcelain.

[Claim 13]A method of claim 12 characterized by comprising the following.

These incisal porcelain is SiO_2 59 [about] - 65 % of the weight of abbreviation.

Al_2O_3 10 [about] - 15 % of the weight of abbreviation.

CaO 0.5 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

Li_2O about 1.5- about 3 % of the weight and K_2O about 15- about 17 % of the weight and

Na_2O about 4- about 6 % of the weight and F about 1- about 0.4 % of the weight.

[Claim 14] SiO_2 about 59- about 65 % of the weight and Al_2O_3 about 10- with about 15 % of the weight. CaO 0.5 [about] - 2 % of the weight of abbreviation, and Li_2O about 1.5 - 3 % of the weight of abbreviation, K_2O about 12- about 17 % of the weight and Na_2O about

4- about 6 % of the weight and F about 0.4- about 1 % of the weight and opaquer about 10- about 20 % of the weight is included -- a porcelain constituent in which the above-mentioned porcelain constituent is used as an opaque object in manufacture of a restoration thing for dentistry.

[Claim 15] A porcelain constituent of claim 16 in which said opaquer is chosen from Al_2O_3 , ZnO , TiO_2 , ZrO_2 , ZrSiO_4 , CeO_2 , and Ta_2O_5 , SnO_2 , and those mixtures.

[Claim 16] Measurement at 25 °C - 500 °C characterized by comprising the following.

A metal core which has a coefficient of thermal expansion below abbreviation $17 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$. Opaque porcelain applied on a metal core which is almost equal to said metal core, or has a coefficient of thermal expansion higher than it to about $1.5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$.

[Claim 17] A restoration thing for dentistry of claim 16 characterized by comprising the following.

These opaque porcelain is SiO_2 48 [about] - 65 % of the weight of abbreviation.

aluminum Al_2O_3 10 [about] - 15 % of the weight of abbreviation.

CaO 0.5 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

Li_2O about 1.5- about 3 % of the weight and K_2O about 14- about 17 % of the weight and

Na_2O about 4- about 6 % of the weight and F about 0.4- about 1 % of the weight.

[Claim 18] A restoration thing for dentistry of claim 17 characterized by comprising the following.

Furthermore, these opaque porcelain is B_2O_3 0 [about] - 0.7 % of the weight of abbreviation.

ZnO 0 [about] - 5 % of the weight of abbreviation.

MgO 0 [about] - 2 % of the weight of abbreviation.

BaO 0 [about] - 1 % of the weight of abbreviation, and TiO_2 0 [about] - 2 % of the weight of abbreviation, ZrO_2 about 0- about 17 % of the weight and ZrSiO_4 about 0- about 7 % of the weight and CeO_2 about 0- about 1 % of the weight and Ta_2O_5 about 0- about 2 % of the weight and SnO_2 about 0- about 18 % of the weight.

[Claim 19] Measurement at 25 °C - 500 °C characterized by comprising the following.

A metal core which has a coefficient of thermal expansion below abbreviation $17 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$. Opaque porcelain applied on a metal core which is almost equal to said metal core, or has a coefficient of thermal expansion higher than it to about $1.5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$, Body porcelain applied to this opaque porcelain that is almost equal to said metal core, or has a coefficient of thermal expansion higher than it to about $1.5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$.

[Claim 20]A restoration thing for dentistries which is a restoration thing for dentistries of claim 19, and has a coefficient of thermal expansion of said opaque porcelain in the middle of a coefficient of thermal expansion of said alloy, and a coefficient of thermal expansion of this body porcelain.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

(Technical field)

This invention relates to useful rate dental porcelain of low-temperature melting high expansion especially at both of the manufactures, the product made from all ceramics, and the restoration thing made from the metal-deposition porcelain (PFM).

[0002]

(Background art)

It is designed so that it may be usually used in manufacture of either the restorative dental materials for all ceramic dentistry, or the PFM restorative dental materials, but since the porcelain has a difference in the description of ceramics and metal, it is not usually practical to both type use of a restoration thing. Are available from generic / pen TRON company (Connecticut walling Ford), U.S. patent application 09th of these people who applied on August 13, 1998 / No. 133,582 (this) One sort of such porcelain indicated to be included in this specification by reference and the OPC(registered trademark) LowWear (registered trademark) porcelain, At first, it was designed by the row for manufacture of the jacket crown made from the porcelain, and veneer for the all ceramic restoration thing which carried out compression molding. However, the OPC(registered trademark) Low Wear (registered trademark) porcelain is not used for PFM restoration things now, although the wear tolerance, the admission nature to a natural gear tooth, and intensity are superior to them of the conventional PFM porcelain as shown in the lower table 1.

[Table 1]

性質	OPC Low Wear™ 陶材	従来のPFM用陶材
白榴石の平均粒径、 μm	約 2 ~ 3	約 5 ~ 8
白榴石の含量割合、%	35 ~ 40	20 ~ 25
エナメル質磨耗度 $\times 10^{-2}$ mm^2	7.69 ± 3.20	18.23 ± 5.20
セラミック磨耗度 $\times 10^{-2}$ mm^3	0.16 ± 0.04	0.49 ± 0.11
CTE、 $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、 25°C ~ 500°C	約 17	約 13

[0003]

The main obstacles which have barred use of the OPC(registered trademark) Low Wear (registered trademark) porcelain in a PFM restoration thing are lack of the opaque object / alloy composition thing which suits this porcelain that has the comparatively high rate of expansion about $17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (at 25°C - 500°C).

[0004]

Golden Gate System for PFM restoration things which has combined the Duceragold (registered trademark) porcelain and Degunorm (registered trademark) (registered trademark), Type IV crown and a bridge alloy ($\text{CTE} = 16.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, 25°C - 500°C) (Degussa (registered trademark) (available through dental division (New Jersey south pre infield)) exists.) it becomes [whether this system includes an indispensable washing firing step before use of this opaque object (opaque body), and] -- a redundant multi stage story alloy preparation procedure -- and, In order to guarantee suitable bonding and conformity of the Duceragold (registered trademark) porcelain and a Degunorm (registered trademark) alloy, too long (16 to 20 minutes) and complicated primary dentin calcination operation is needed. In order to grow up leucite further especially, the cool time (3 to 4 minutes between 720°C - 680°C) in this primary dentin calcination operation is directed by the maker, and probably this shows the instability of the leucite in this porcelain. Table 2 under the following shows various descriptions of the Duceragold (registered trademark) porcelain.

[Table 2]

	Duceragold™
焼成温度、 $^{\circ}\text{C}$	770 ~ 790
ガラス転移温度、 $^{\circ}\text{C}$	490
軟化温度、 $^{\circ}\text{C}$	595
CTE 25°C ~ 500°C 、 $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	15.8
推薦合金	Degunorm
合金 CTE 25°C ~ 500°C 、 $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	16.4

[0005]

U.S. Pat. No. 5,453,290 to Van DEAZERU (Van derZel) is turned to dental porcelain for use with a dental alloy. The porcelain indicated in it must be made from three kinds of fritto, and it makes it difficulty and expensive more to control the rate of expansion and glass transition temperature of a final product. As for CTE of the porcelain, only 0.5-1.5 must be

lower than CTE of an alloy, and this limits the ingredient used together. It is necessary to provide the metal-deposition porcelain system for the restoration thing for dentistry which has a simple manufacture procedure. It is desirable to provide the alloy of the comparatively high rate of expansion and the suiting porcelain. It is desirable to provide 2 fritto porcelain for the use in a PFM restoration thing.

[0006]

(Outline of an invention)

It is finished by the opaque porcelain for use with these metal cores [in / reach and / in other purposes and advantages / manufacture of a PFM restoration thing]. This porcelain is substantially [as the coefficient of thermal expansion (CTE) of the metal in which it is applied] equal, or shows slightly larger CTE than it. In one desirable mode, this porcelain has them equivalent to the dental alloy applied as an opaque object (apply), or shows CTE higher than it to about $1.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. This porcelain is made from the mixture of 2 fritto constituent. The rate fritto of high expansion containing leucite is combined with low-temperature melting glass suitable for providing the porcelain which has the rate of expansion of the range of $16.9 - 18.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a 25-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature range. By combining two kinds of fritto, the rate of expansion and melting temperature are controllable to an above-mentioned value.

[0007]

(Indication of an invention)

This invention relates to the charge of the porcelain for an all ceramic restoration thing and a PFM restoration thing. This porcelain is substantially equal to the coefficient of thermal expansion (CTE) of the metal in which it is applied, or shows slightly larger CTE than it. or this porcelain is equal desirably compared with the dental alloy in which they are applied as an opaque object -- or CTE higher than it to about $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ -- or -- or it is still more desirably equal -- or it -- about -- CTE high to $1.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ is shown. This porcelain suits with the metal which has a coefficient of thermal expansion (CTE) which is in the range of about $15.5 - 17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a 20-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement. setting this porcelain to a 20-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement -- about [about $16.9 - 18.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$] -- the range of $18.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ -- setting to a 20-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement desirably -- about [about $17 - 17.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$] is shown. This porcelain is made from the mixture of 2 fritto presentation. In order to provide the porcelain which has the rate of expansion which is in the range of $16.9 - 18.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a 25-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement, the rate fritto of high expansion containing leucite is combined with low-temperature melting glass frit. It is indispensable for this invention that the rate of high expansion of 2 fritto mixture and both of a low-temperature melting ingredient show a low glass transition temperature (GTT). It is very important that the low-temperature melting ingredient used in opaque-ized processing shows GTT below about 415 $^{\circ}\text{C}$. By combining two kinds of fritto,

the rate of expansion and calcination temperature are controllable to an above-mentioned value. The opaque porcelain of this specification which has paints shows the coefficient of thermal expansion of average value abbreviation $17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a 25-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement. The opaque porcelain (namely, white opaque object) which does not include paints shows the coefficient of thermal expansion (for example, setting to the temperature requirement of $^{\circ}\text{C}$ of 25-500 about $17.5 - \text{about } 18.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) of a high end in within the limits.

[0008]

The lower table 3 shows the composition range of the porcelain used for this invention.

[Table 3]

	ボディ陶材 & インサイザル陶材	不透明の陶材
SiO_2	59 ~ 65	59 ~ 65
B_2O_3	X	X
Al_2O_3	10 ~ 15	10 ~ 15
ZnO	X	X
CaO	0.5 ~ 2	0.5 ~ 2
MgO	X	X
BaO	X	X
Li_2O	1.5 ~ 3	1.5 ~ 3
K_2O	15 ~ 17	15 ~ 17
Na_2O	4 ~ 6	4 ~ 6
TiO_2	X	X
ZrO_2	X	X
CeO_2	X	X
F	0.4 ~ 1	0.4 ~ 1
Ta_2O_5	-----	X
SnO_2	-----	-----
* 不透明化剤	0 ~ 1	13 ~ 20
** 顔料	0 ~ 5	2 ~ 13

* 不透明化剤、 TiO_2 、 ZrO_2 、 ZrSiO_4 、 ZnO 、 CeO_2 または Ta_2O_5 は、2種類のフリットの混合物に微粉末として混ぜる。得られた組成物は、（オベーク、ボディまたはインサイザル）白色陶材と呼ばれる。

** 顔料は、白い陶材粉末に微粉末として混ぜる。得られた粉末組成物は、以下では、（オベーク、ボディまたはインサイザル）着色陶材と称する。

Xは、非本質的な成分を意味する。

[0009]As shown in the upper table 3, about 1.5% - about 3% of Li_2O which recognizes quantity existence, and 0.4% - 1% of F which recognizes quantity existence are help to give low glass transition temperature. Existence of Li_2O and F raises a coefficient of thermal expansion, and is $^{\circ}\text{C}$ (ed) to also lower aging (calcination) temperature. The rate ingredient of leucite content high expansion of 2 fritto mixture has an again quite low glass transition temperature. This is attained by holding quite low the mole ratio of aluminum $_2\text{O}_3$ to the sum

total (R_2O+RO) of an oxidation alkaline metal and oxidation alkaline-earth metals. Usually, while these constituents are extremely rich in instability and reactivity, in a temperature requirement (650 ** - 950 **), precipitate of an ice spar takes place easily. To the surprising thing, it discovered that the specific constituent by the specific combination of K_2O , Na_2O , and Li_2O was dramatically stable. In order to guarantee the thermal stability and low glass transition temperature as which the rate ingredient of high expansion of the porcelain is required, the mole ratio of $aluminum_2O/K_2O$ discovered what should be been within the limits of 0.73-0.95. Low glass transition temperature provides the porcelain which has good conformity with the alloy which has CTE which is in the range of about 15.5 - abbreviation $17 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ in the temperature requirement of ** of 25-500. The lower table 4 shows the description of a porcelain constituent.

[Table 4]

陶材	ボディ&インサイザル	オベーク体
焼成温度、℃	855～870	855～890
ガラス転移温度、℃	420～430	430～440
軟化温度、℃	520	--
CTE 25℃～400℃、 $10^{-6}/^{\circ}C$	15.2	--
CTE 25℃～GTT、 $10^{-6}/^{\circ}C$	15.8 (GTT=430℃)	--
CTE 25℃～500℃、 $10^{-6}/^{\circ}C$	17.2	17.0

[0010]

Table 5 shows the suiting alloy about use with the porcelain.

[Table 5]

合金	CTE (25℃～500℃)	適用
B i o - 7 5 G	15.5 ± 0.2	単一ユニット用 急速冷却のみ
G o l d C o r e 7 5	16.4 ± 0.2	単一ユニットお よびブリッジ用
G o l d C o r e 5 5	17.0 ± 0.2	単一ユニットお よびブリッジ用
J e w e l C a s t	17.0 ± 0.2	単一ユニットお よびブリッジ用

[0011]

The lower table 6 shows a body (incisal) and the example of a presentation of the opaque porcelain.

[Table 6]

	実施例 1 ボディノイ ンサイザル 陶材	比較例 1	実施例 2 淡色用白色 オベーク陶 材 *	実施例 3 淡色用白色 オベーク陶 材 *	実施例 4 濃色用白色 オベーク陶 材 **	実施例 5 濃色用白色 オベーク陶 材 **
2 フリット 混合物組成						
SiO ₂	61.9	61.5	60.0	58.5	60.1	58.6
B ₂ O ₃	0.5	0.5	0.6	0.6	0.6	0.6
Al ₂ O ₃	11.6	15.4	13.6	13.6	13.7	13.6
ZnO	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	2.0
CaO	1.7	0.6	1.2	1.2	1.2	1.2
MgO	0.8	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1
BaO	0.0	0.0	0.4	0.4	0.4	0.4
Li ₂ O	2.5	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
K ₂ O	15.7	12.9	15.1	15.0	15.1	15.0
Ta ₂ O ₅	0.0		0.0	0.0	0.0	0.0
Na ₂ O	4.8	6.0	5.5	5.4	5.4	5.3
TiO ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ZrO ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CeO	0.0	0.6	0.3	0.3	0.3	0.3
F	0.6		0.7	0.6	0.7	0.6
混合した不透明化剤						
ZrO ₂			1.7	1.7	1.5	1.5
ZrSiO ₄						
TiO ₂						
SnO ₂						
ZnO						
CeO ₂						
Ta ₂ O ₅						
焼成温度	857		871	871	871	871
CTE (25℃～ 500℃)	17.2± 0.3		17.8	17.8	17.8	17.8

* 淡色オベーク着色—顔料濃度<6重量%

** 濃色オベーク着色—顔料濃度>6重量%

[0012]

The alloy in which the low glass transition temperature of the opaque porcelain has CTE of the range of about 15.5 - abbreviation $17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ **. It is the most important for guaranteeing the conformity of (Gold Core 75 [for example, / available from generic / pen TRON company (Connecticut, walling Ford)] (registered trademark)). This is a gold alloy which needs the preparation procedures which are not far complicated as compared with a Degunorm alloy excluding [therefore] copper and other elements which form the oxide layer of coloring. If indirect desulfurization mind of the Gold Core 75 (registered trademark) alloy is carried out at 870 ** - 885 ** among the air or under decompression for 5 to 7 minutes, specifically, it will form a suitable oxide layer, without spoiling the appearance of a coping.

[0013]

The high potassium contents in the porcelain are indispensable in order to guarantee the high stability of leucite. The high potassium oxide content combined with other alkali

elements (Li and Na) in synergy also guarantees a comparatively low glass transition temperature (GTT), therefore guarantees increase of the tolerance over coefficient-of-thermal-expansion mismatching cracking, and increase of conformity with the alloy of the slightly low rate of expansion. When potassium contents were increased to the surprising thing, it discovered that the stability of a constituent with low GTT increased. For example, it became clear that Example 1 was farther [than the comparative example 1] stable (I want you to measure a K_2O content). It has the outstanding thermal expansion stability, and even after continuation calcinating [five] with the calcination temperature, specifically, as for dental porcelain of Example 1, the same coefficient of thermal expansion is maintained. Dental porcelain of the comparative example 1 discovered that a coefficient of thermal expansion and opaque nature changed by many calcination.

[0014]

It is indispensable for this invention that an opaque (it is opaque) constituent contains an element like ZnO and Ta_2O_5 which form the oxide layer on to own a comparatively low glass transition temperature and the alloy which guarantees good bonding with an alloy. It became clear that it increased by ZnO and Ta_2O_5 , and specifically, the oxide layer of Gold Core 75 (registered trademark) alloy included the ingredient in the opaque formula, in order to improve bonding.

[0015]

The body porcelain and the incisal (incisal) porcelain are usually applied to the opaque porcelain independently. Desirably, the body porcelain and incisal porcelain which are used on these specifications show the average thermal expansion of abbreviation $17.2 \times 10^{-6}/^{\circ}C$.

[0016]

In one desirable mode of this invention, it is used for the alloy which has CTE of the range of about $15.5 - 17 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ in a 25-500 $^{\circ}C$ temperature requirement manufacturing the metal core for a restoration thing. Although the opaque porcelain is applied to it, in there, CTE is the range of about $16.9 - 17.5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ in a 25-500 $^{\circ}C$ temperature requirement.

The body porcelain which has CTE of the range of about $16.9 - 17.7 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ is applied to it.

It is desirable for CTE of an opaque object to be between CTE of an alloy and CTE of the body porcelain.

[0017]

The following example illustrates this invention.

[0018]

(EXAMPLE)

Bio-75G [available from generic / pen TRON (Connecticut walling Ford)], The coping and bridge frame which were cast from GoldCore75, GoldCore55, and a JewelCast alloy were

prepared using the sintered carbide tool, and sandblasting was carried out with alumina sand with a pressure of 2 bars, and they were underwater cleaned ultrasonically for about 5 minutes. The same deaeration cycle shown in the lower calcination table was used for casting (casting) of Bio-75G, JewelCast, GoldCore55, and GoldCore75. Sandblasting removed the oxide layer after deaeration and the casting was underwater cleaned ultrasonically for about 5 minutes. The opaque object of the constituent of Example 3 (Table 6) was applied in the form of the thin tunic of two sheets, and was calcinated according to the firing cycles shown in the following table. The body / incisal porcelain of the constituent of Example 1 were used for building the crown (crown) and bridge of a perfect outline, and was calcinated to 5 times as the lower calcination chart.

[0019]

Generating of the crack was not observed on the single restoration thing made from the upper alloy. However, when the porcelain was calcinated to up to the bridge frame made from Bio-75G, the crack was discovered to the pontic field. Single and the restoration thing of the multi-unit which were made from GoldCore 75, GoldCore 55, and JewelCast did not show cracking by many calcination.

[Table 7]

華氏温度 (F °) による焼成チャート

	脱気サイクル	オペーク焼成 (薄膜2枚)	OPC Low Wear 第1焼成	OPC Low Wear 第2焼成	OPC Low Wear 第3～第5 焼成
前乾燥、分	0	6	6	6	6
低温、° F	1 2 0 0	6 0 0	1 0 0 0	1 0 0 0	1 0 0 0
高温、° F	1 6 2 5	1 6 0 0	1 5 7 5	1 5 5 0	1 5 5 0
速度、 ° C / 分	1 0 0	7 5	7 5	7 5	7 5
真空	1 0 0 %	1 0 0 %	1 0 0 %	1 0 0 %	1 0 0 %
真空オン、 ° F	1 2 0 0	7 5 0	1 0 0 0	1 0 0 0	1 0 0 0
真空オフ、 ° F	1 6 2 5	1 5 0 0	1 5 2 5	1 5 0 0	1 5 0 0
保持、分	真空で5分	0	0	0	0
冷却、分	0	0	0	0	0

[Table 8]

摂氏温度（℃）による焼成チャート

	脱気サイクル	オベーク焼成 (薄膜2枚)	OPC Low Wear 第1次焼成	OPC Low Wear 第2次焼成	OPC Low Wear 第3～5次 焼成
前乾燥、分	0	6	6	6	6
低温、℃	650	316	538	538	538
高温、℃	885	871	857	843	843
速度、 ℃/分	55	42	42	42	42
真空	100%	100%	100%	100%	100%
真空オン、 ℃	650	399	538	538	538
真空オフ、 ℃	885	816	829	816	816
保持、分	真空で5分	0	0	0	0
冷却、分	0	0	0	0	0

[0020]

In addition to the restoration thing for dentistries, the joint flag was cast from the alloy listed upwards. The thin film of two sheets of the opaque object (constituent of Example 3) was used, and it calcinated on the joint flag. The joint flag was bent using pliers, and using the optical stereomicroscope, the surface of metal exposed along with the flection by which an opaque object is broken was expanded by 10 times, and it investigated it. The section in alignment with the opaque object-metal interface turned out for most to be adhesiveness. That is, the substantial portion of the surface of metal was covered with the opaque object in which good bonding between an alloy and an opaque object is shown. It was thought that the observed coating region was enough on a par with other metal-porcelain systems therefore. Bond strength was quantified according to ISO-9693 "a metal-ceramic joint examination (Schwickerath crack start examination)." The following table shows the bond strength calculated from formula $\tau_b = k \cdot F_{fail}$.

in here -- τ_b -- dissociation / crack start intensity, and k -- the function of the value of the thickness of a metal substrate, and the Young's modulus of the used metallic material -- and -- F_{fail} is fracture power.

[Table 9]

試料	厚さ (mm)	弾性率 (GPa)	負荷 (Lbs)	F (fail) ニュートン	K	τ_b (MPa)
gold core 7 5	0.55	12.5	2.81	12.49950291	3.6	44.99821048
gold core 7 5	0.54	12.5	2.262	10.06187743	3.75	37.73204037
gold core 7 5	0.55	12.5	1.81	8.051281235	3.65	29.38717651
gold core 7 5	0.55	12.5	3.02	13.43362946	3.65	49.03274754
gold core 7 5	0.55	12.5	2.78	12.36605626	3.65	45.13610535
平均値				0		41.25725605
標準偏差				0		7.791412161
gold core 5 5	0.5	15.12	1.42	6.316474781	4.1	25.8975466
gold core 5 5	0.5	15.12	1.07	4.759597194	4.1	19.5143485
gold core 5 5	0.52	15.12	2.88	12.81087843	3.8	48.68133803
gold core 5 5	0.5	15.12	1.68	7.473012417	4.1	30.63935091
gold core 5 5	0.47	15.12	1.51	6.716814732	4.7	31.56902924
gold core 5 5	0.47	15.12	0.98	4.359257243	4.7	20.48850904
平均値				0		29.46502039
標準偏差						9.724481694

[0021] This invention provides the porcelain constituent which suits the alloy used for manufacture of a PFM restoration thing so that it may accept. This porcelain is substantially equal to the expansion coefficient (CTE) of the metal in which it is applied, or shows CTE slightly higher than it. This porcelain is made from the mixture of 2 fritto constituent. The porcelain which has the rate of expansion of the range of $16.9 - 18 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in a 25-500 $^{\circ}\text{C}$ temperature requirement is provided by combining with the glass frit of low-temperature melting the rate fritto of high expansion containing leucite. combining two kinds of fritto -- the rate of expansion and calcination temperature are easily controllable.

[0022]

Although various explanation of this invention is indicated above, he should understand the various features, if it is independent or can be used in all the combination of that. Therefore, especially this invention is displayed here, it should not be limited only to a desirable mode.

[0023]

It should be understood that the expert of the art relevant to this invention can notice change and correction the intention of this invention and in the range. Therefore, all the convenient corrections which can be easily attained by the cram school persons of this art should be included as further example of this invention from the indication shown in this specification which is the range of this invention, and within the limits of an intention.

Therefore, the range of this invention is defined as an attached claim is shown.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2003-503431

(P2003-503431A)

(43) 公表日 平成15年1月28日 (2003.1.28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
A 6 1 K 6/027		A 6 1 K 6/027	4 C 0 8 9
C 0 3 C 8/06		C 0 3 C 8/06	4 G 0 6 2
8/22		8/22	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2001-507423(P2001-507423)
(86) (22) 出願日 平成12年6月30日 (2000.6.30)
(85) 翻訳文提出日 平成13年12月27日 (2001.12.27)
(86) 国際出願番号 PCT/US 00/40296
(87) 国際公開番号 WO 01/001925
(87) 国際公開日 平成13年1月11日 (2001.1.11)
(31) 優先権主張番号 60/142,204
(32) 優先日 平成11年7月2日 (1999.7.2)
(33) 優先権主張国 米国 (US)
(81) 指定国 EP (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), JP

(71) 出願人 ジェネリック/ベントロン インコーポレイテッド
アメリカ合衆国 コネチカット州 ウォーリングフォード ノース ブレインズ インダストリアル ロード 53
(72) 発明者 ブロドキン ドミトリ
アメリカ合衆国 ニュージャージー州 ウェスト オレンジ ハーバート テラス 75
(72) 発明者 パンゼラ カーリノ
アメリカ合衆国 ニュージャージー州 ベルミード ハンツマン レーン 7
(74) 代理人 弁理士 吉田 研二 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 歯科用陶材

(57) 【要約】

P F M 修復物の製造における金属コアとともに使用されるオベーク陶材。該陶材は、それが塗布される金属の熱膨張係数 (C T E) に実質的に等しいかまたはそれよりわずかに高い C T E を示す。該陶材は、それらがオベーク体として塗布される歯科用合金に等しいかまたはそれより約 $1.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ だけ高い C T E を示す。該陶材は、2 フリット組成物の混合物から作られる。白榴石を含む高膨張率フリットは、低温溶融ガラスフリットと組み合わせて $25 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において、 $16.9 \sim 18 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲にある膨張率を有する陶材を提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 SiO_2 約48～約65重量%と、
 Al_2O_3 約10～約15重量%と、
 CaO 約0.5～約2重量%と、
 Li_2O 約1.5～約3重量%と、
 K_2O 約15～約17重量%と、
 Na_2O 約4～約6重量%と、
 F 約0.4～約1重量%と、

を含む歯科用修復物の製造における歯科用合金上のオペーク体としての使用のための陶材組成物。

【請求項2】 前記陶材が、オペーク体として塗布される歯科用合金よりわずかに高い熱膨張率を有する請求項1の陶材組成物。

【請求項3】 請求項1の陶材組成物であって、前記陶材組成物がオペーク体として塗布される歯科用合金に熱膨張率が等しいか、それより約 1.5×10^{-6} /°Cまでだけ高い陶材組成物。

【請求項4】 25～500°Cの温度範囲において約 $15.5 \sim 17 \times 10^{-6}$ /°Cの範囲にある熱膨張係数を有する合金にほぼ等しい熱膨張係数をもつ請求項1の陶材組成物。

【請求項5】 25～500°Cの温度範囲において約 $16.9 \sim 18.5 \times 10^{-6}$ /°Cの熱膨張係数を持つ請求項1の陶材組成物。

【請求項6】 B_2O_3 約0～約0.7重量%と、
 ZnO 約0～約5重量%と、
 MgO 約0～約2重量%と、
 BaO 約0～約1重量%と、
 TiO_2 約0～約2重量%と、
 ZrO_2 約0～約17重量%と、
 ZrSiO_4 約0～約7重量%と、
 CeO_2 約0～約1重量%と、
 Ta_2O_5 約0～約2重量%と、

SnO_2 約0～約18重量%と、
を含む請求項1の陶材組成物。

【請求項7】 SiO_2 約48～約65重量%と、 Al_2O_3 約10～約15重量%と、 CaO 約0.5～約2重量%と、 Li_2O 約1.5～約3重量%と、 K_2O 約14～約17重量%と、 Na_2O 約4～約6重量%と、F 約0.4～約1重量%と、を含む歯科組成物から歯科用陶材粉末を製造するステップと、

金属コアの上へ歯科用陶材粉末から形状を形成するステップと、

形状を形成した歯科用陶材粉末を約750℃～約880℃に加熱して、前記歯科用陶材粉末を金属コアに溶着するステップと、を含み、

前記歯科用陶材粉末を製造するステップにおいて、熟成温度は約750℃～約890℃の範囲にあり、

前記歯科用陶材粉末を金属コアに溶融するステップにおいて、前記金属コアは25℃～500℃まで測定して約15.5～約 17×10^{-6} /℃の範囲の熱膨張率を示す歯科用修復物を製造する方法。

【請求項8】 前記陶材が25℃～約470℃の温度範囲において約17～約 17.5×10^{-6} /℃の範囲にある熱膨張係数を有する請求項7の方法。

【請求項9】 金属フレームが金合金を含む請求項7の方法。

【請求項10】 前記陶材粉末がオペーク陶材である請求項7の方法。

【請求項11】 さらに、前記オペーク陶材の上にボディ陶材を塗布することを含む請求項10の方法。

【請求項12】 さらに、該ボディ陶材の上にインサイザル陶材を塗布することを含む請求項11の方法。

【請求項13】 該インサイザル陶材が、

SiO_2 約59～約65重量%と、
 Al_2O_3 約10～約15重量%と、
 CaO 約0.5～約2重量%と、
 Li_2O 約1.5～約3重量%と、
 K_2O 約15～約17重量%と、
 Na_2O 約4～約6重量%と、

F 約1～約0.4重量%と、
を含む請求項12の方法。

【請求項14】 SiO_2 約59～約65重量%と、
 Al_2O_3 約10～約15重量%と、
 CaO 約0.5～約2重量%と、
 Li_2O 約1.5～約3重量%と、
 K_2O 約12～約17重量%と、
 Na_2O 約4～約6重量%と、
F 約0.4～約1重量%と、
不透明化剤約10～約20重量%と、を含み、
上記陶材組成物が歯科用修復物の製造においてオペーク体として使われる陶材組成物。

【請求項15】 前記不透明化剤が、
 Al_2O_3 、 ZnO 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 ZrSiO_4 、 CeO_2 、 Ta_2O_5 、 SnO_2 およびそれらの混合物から選択される請求項16の陶材組成物。

【請求項16】 $25^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$ での測定において、 $約17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
以下の熱膨張係数を有する金属コアと、
前記金属コアにほぼ等しいかまたはそれより $約1.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高い熱膨張係数を有する金属コアの上に塗布されたオペーク陶材と、
を含む歯科用修復物。

【請求項17】 請求項16の歯科用修復物であって、該オペーク陶材が、
 SiO_2 約48～約65重量%と、
 Al_2O_3 約10～約15重量%と、
 CaO 約0.5～約2重量%と、
 Li_2O 約1.5～約3重量%と、
 K_2O 約14～約17重量%と、
 Na_2O 約4～約6重量%と、
F 約0.4～約1重量%と、
を含む歯科用修復物。

【請求項18】 請求項17の歯科用修復物であって、さらに該オペーク陶材が、

B_2O_3 約0～約0.7重量%と、

ZnO 約0～約5重量%と、

MgO 約0～約2重量%と、

BaO 約0～約1重量%と、

TiO_2 約0～約2重量%と、

ZrO_2 約0～約17重量%と、

$ZrSiO_4$ 約0～約7重量%と、

CeO_2 約0～約1重量%と、

Ta_2O_5 約0～約2重量%と、

SnO_2 約0～約18重量%と、

を含む歯科用修復物。

【請求項19】 $25^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$ での測定において、約 $17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下の熱膨張係数を有する金属コアと、

前記金属コアにほぼ等しいかまたはそれより約 $1.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高い熱膨張係数を有する金属コアの上に塗布されたオペーク陶材と、

前記金属コアにほぼ等しいかまたはそれより約 $1.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高い熱膨張係数を有する該オペーク陶材に塗布されたボディ陶材と、
を含む歯科用修復物。

【請求項20】 請求項19の歯科用修復物であって、前記オペーク陶材の熱膨張係数が、前記合金の熱膨張係数と該ボディ陶材の熱膨張係数の中間にある歯科用修復物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(技術分野)

本発明は、オールセラミック製および金属溶着陶材（P F M）製修復物のどちらの製作にも特に有用な低温熔融高膨張率歯科用陶材に関する。

【0002】

(背景技術)

陶材は、通例、オールセラミック歯科用修復材またはP F M修復材のいずれかの製造において使用されるように設計されるが、セラミックスと金属の性状に差異があるため修復物の両タイプ使用に対して通常実用的でない。ジェネリック／ペントロン社（コネティカット州ウォーリングフォード）から入手可能であり、1998年8月13日に出願した、本出願人の米国特許出願第09/133,582号（これは、参照により本明細書に組み入れられる）に記載されている、そのような陶材の1種、O P C（登録商標）L o w W e a r（登録商標）陶材は、最初、圧縮成形したオールセラミック修復物のために、ならびに陶材製のジャケットクラウンおよびベニアの製作のために設計された。しかし、O P C（登録商標）L o w W e a r（登録商標）陶材は、下の表1に示すように、その摩耗耐性、自然の歯への容認性および強度が従来のP F M陶材のそれらより優れているにもかかわらず、現在P F M修復物用には使われない。

【表1】

性質	O P C L o w W e a r TM 陶材	従来のP F M用陶材
白榴石の平均粒径、 μm	約2～3	約5～8
白榴石の含量割合、%	35～40	20～25
エナメル質磨耗度 $\times 10^{-2}$ mm^2	7.69 \pm 3.20	18.23 \pm 5.20
セラミック磨耗度 $\times 10^{-2}$ mm^3	0.16 \pm 0.04	0.49 \pm 0.11
C T E、 $10^{-6}/^{\circ}C$ 、25 $^{\circ}C$ ～500 $^{\circ}C$	約17	約13

【0003】

P F M修復物におけるO P C（登録商標）L o w W e a r（登録商標）陶材の使用を妨げている主な障害は、（25 $^{\circ}C$ ～500 $^{\circ}C$ で）約 17×10^{-6} / $^{\circ}C$ と

いう比較的高い膨張率を有するこの陶材に適合するオペーク体／合金組成物の欠如である。

【0004】

Ducera gold（登録商標）陶材とDegunorm（登録商標）とを結合しているPFM修復物用Golden Gate System（登録商標）、タイプIVクラウンおよびブリッジ合金（ $CTE = 16.4 \times 10^{-6} / ^\circ C$ 、 $25^\circ C \sim 500^\circ C$ ）（Degussa（登録商標）（デンタルディビジョン（ニュージャージー州サウスプレインフィールド）を通して入手可能）が存在する。このシステムは、該オペーク体（不透明体）の使用前に、必須の洗浄焼成段階を含むかなり冗長な多段階合金調製手順および、Ducera gold（登録商標）陶材とDegunorm（登録商標）合金との適当な結合形成および適合性を保証するために過度に長い（16～20分）かつ複雑な第1象牙質焼成操作を必要とする。特に、さらに白榴石を成長させるために該第1象牙質焼成操作における冷却時間（ $720^\circ C \sim 680^\circ C$ の間の3～4分）がメーカーによって指示されており、これは恐らくこの陶材中の白榴石の不安定性を示すものである。次の下の表2は、Ducera gold（登録商標）陶材の種々の性状を示す。

【表2】

	Ducera gold™
焼成温度、 $^\circ C$	770～790
ガラス転移温度、 $^\circ C$	490
軟化温度、 $^\circ C$	595
$CTE 25^\circ C \sim 500^\circ C$ 、 $10^{-6} / ^\circ C$	15.8
推薦合金	Degunorm
合金 $CTE 25^\circ C \sim 500^\circ C$ 、 $10^{-6} / ^\circ C$	16.4

【0005】

ヴァン・デアゼル（Van der Zee）への米国特許第5,453,290号は、歯科用合金との使用のための、歯科用陶材に向けられている。その中に記載されている陶材は3種類のフリットから作られなければならない、それが、最終生産物の膨張率およびガラス転移温度を制御することをより困難にかつ高価にしている。さらに、陶材のCTEは合金のCTEより0.5～1.5だけ低くなければならない、これが一緒に使われる成分を限定する。単純な製造手順を有する

歯科用修復物のための金属溶着陶材システムを提供する必要がある。比較的高い膨張率の合金と適合する陶材を提供することが望ましい。PFM修復物における使用のための2フリット陶材を提供することが望ましい。

【0006】

(発明の概要)

これらのおよび他の目的および利点がPFM修復物の製造においての金属コアとの使用のためのオパーク陶材によって成し遂げられる。該陶材は、それが塗布される金属の熱膨張係数(CTE)と実質的に等しいかそれよりわずかに大きいCTEを示す。好ましい一態様において、該陶材は、それらがオパーク体として塗布される(apply)歯科用合金と同等かまたはそれより約 $1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高いCTEを示す。該陶材は、2フリット組成物の混合物から作られる。白榴石を含む高膨張率フリットは、 $25 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度領域において $16.9 \sim 18.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲の膨張率を有する陶材を提供するのに適した低温溶融ガラスと組合される。2種類のフリットを結合することによって、膨張率および溶融温度を上述の値に制御することができる。

【0007】

(発明の開示)

本発明は、オールセラミック修復物およびPFM修復物のための陶材料に関する。該陶材は、それが塗布される金属の熱膨張率(CTE)に実質的に等しいかまたはそれよりわずかに大きいCTEを示す。該陶材は、それらがオパーク体として塗布される歯科用合金と比べて、望ましくは、等しいかまたはそれより約 $1.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高いCTEを、または、さらに望ましくは等しいかまたはそれより約 $1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ まで高いCTEを示す。該陶材は、 $20 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において約 $15.5 \sim 17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲にある熱膨張率(CTE)を有する金属と適合する。該陶材は、 $20 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において約 $16.9 \sim 18.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲の、望ましくは $20 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において約 $17 \sim 17.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲のCTEを示す。該陶材は、2フリット組成の混合物から作られる。 $25 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において $16.9 \sim 18.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲にある膨張率を有する陶材を提供

するために、白榴石を含む高膨張率フリットを低温溶融ガラスフリットと組合せる。2フリット混合物の高膨張率および低温溶融成分の両者が、低いガラス転移温度（GTT）を示すことが本発明にとって必須である。オペーク化処理において使用される低温溶融成分が約415℃未満のGTTを示すことが極めて重要である。2種類のフリットを結合することによって、膨張率および焼成温度を上述の値に制御することができる。顔料を有する本明細書のオペーク陶材は、25～500℃の温度範囲において約 17×10^{-6} /℃なる平均値の熱膨張率を示す。顔料を含まないオペーク陶材（すなわち白色オペーク体）は、範囲内での高末端の熱膨張率（たとえば、25～500℃の温度範囲において約17.5～約18.5 $\times 10^{-6}$ /℃）を示す。

【0008】

下の表3は本発明に使用される陶材の組成範囲を示す。

【表3】

	ボディ陶材 & インサイザル陶材	不透明の陶材
SiO ₂	59～65	59～65
B ₂ O ₃	X	X
Al ₂ O ₃	10～15	10～15
ZnO	X	X
CaO	0.5～2	0.5～2
MgO	X	X
BaO	X	X
Li ₂ O	1.5～3	1.5～3
K ₂ O	15～17	15～17
Na ₂ O	4～6	4～6
TiO ₂	X	X
ZrO ₂	X	X
CeO ₂	X	X
F	0.4～1	0.4～1
Ta ₂ O ₅	-----	X
SnO ₂	-----	-----
* 不透明化剤	0～1	13～20
** 顔料	0～5	2～13

* 不透明化剤、TiO₂、ZrO₂、ZrSiO₄、ZnO、CeO₂またはTa₂O₅は、2種類のフリットの混合物に微粉末として混ぜる。得られた組成物は、（オペーク、ボディまたはインサイザル）白色陶材と呼ばれる。

** 顔料は、白い陶材粉末に微粉末として混ぜる。得られた粉末組成物は、以下では、（オペーク、ボディまたはインサイザル）着色陶材と称する。

Xは、非本質的な成分を意味する。

【0009】

上の表3に示されるように、約1.5%～約3%の量存在する Li_2O および0.4%～1%の量存在するFは低ガラス転移温度を付与するのに助けとなる。 Li_2O およびFの存在は、熱膨張率を上げ、熟成（焼成）温度を下げることに資する。2フリット混合物の白榴石含有高膨張率成分は、また、かなり低いガラス転移温度を有する。これは、酸化アルカリ金属と酸化アルカリ土類金属との合計（ $\text{R}_2\text{O} + \text{RO}$ ）に対する Al_2O_3 のモル比をかなり低く保持することによって達成される。通常、これらの組成物は、極めて不安定かつ反応性に富むとともに、650℃～950℃の温度範囲において玻璃長石の沈殿が起こりやすい。驚くべきことに、 K_2O 、 Na_2O および Li_2O の特定の組合せによる特定の組成物が非常に安定であることを発見した。さらに、陶材の高膨張率成分の、要求される熱的安定度および低ガラス転移温度を保証するためには $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{O}$ のモル比が0.73～0.95の範囲内にあるべきことを発見した。低ガラス転移温度は、25～500の℃の温度範囲において約15.5～約 $17 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ の範囲にあるCTEを有する合金との良好な適合性を有する陶材を提供する。下の表4は、陶材組成物の性状を示す。

【表4】

陶材	ボディ&インサイザル	オペーク体
焼成温度、℃	855～870	855～890
ガラス転移温度、℃	420～430	430～440
軟化温度、℃	520	--
CTE 25℃～400℃、 $10^{-6}/^\circ\text{C}$	15.2	--
CTE 25℃～GTT、 $10^{-6}/^\circ\text{C}$	15.8 (GTT=430℃)	--
CTE 25℃～500℃、 $10^{-6}/^\circ\text{C}$	17.2	17.0

【0010】

表5は、陶材との使用に関して、適合する合金を示す。

【表5】

合金	CTE (25℃～500℃)	適用
Bio-75G	15.5±0.2	単一ユニット用 急速冷却のみ
GoldCore75	16.4±0.2	単一ユニットお よびブリッジ用
GoldCore55	17.0±0.2	単一ユニットお よびブリッジ用
JewelCast	17.0±0.2	単一ユニットお よびブリッジ用

【0011】

下の表6はボディ（インサイザル）およびオペーク陶材の組成例を示す。

【表6】

	実施例1 ボディ／イン サイザル 陶材	比較例1	実施例2 淡色用白色 オペーク陶 材*	実施例3 淡色用白色 オペーク陶 材*	実施例4 濃色用白色 オペーク陶 材**	実施例5 濃色用白色 オペーク陶 材**
2フリット混合物組成						
SiO ₂	61.9	61.5	60.0	58.5	60.1	58.6
B ₂ O ₃	0.5	0.5	0.6	0.6	0.6	0.6
Al ₂ O ₃	11.6	15.4	13.6	13.6	13.7	13.6
ZnO	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	2.0
CaO	1.7	0.6	1.2	1.2	1.2	1.2
MgO	0.8	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1
BaO	0.0	0.0	0.4	0.4	0.4	0.4
Li ₂ O	2.5	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
K ₂ O	15.7	12.9	15.1	15.0	15.1	15.0
Ta ₂ O ₅	0.0		0.0	0.0	0.0	0.0
Na ₂ O	4.8	6.0	5.5	5.4	5.4	5.3
TiO ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ZrO ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CeO	0.0	0.6	0.3	0.3	0.3	0.3
F	0.6		0.7	0.6	0.7	0.6
混合した不透明化剤						
ZrO ₂			17	17	15	15
ZrSiO ₄						
TiO ₂						
SnO ₂						
ZnO						
CeO ₂						
Ta ₂ O ₅						
焼成温度	857		871	871	871	871
CTE (25℃～ 500℃)	17.2± 0.3		17.8	17.8	17.8	17.8

* 淡色オペーク着色—顔料濃度<6重量%

** 濃色オペーク着色—顔料濃度>6重量%

【0012】

オペーク陶材の低ガラス転移温度が、約15.5～約 17×10^{-6} /℃の範囲のCTEを有する合金（たとえば、ジェネリック／ペントロン社（コネティカッ

ト州、ウォーリングフォード) から入手可能なGold Core 75 (登録商標)) との適合性を保証するのに最も重要である。これは、着色の酸化物層を形成する銅および他の元素を含まず、したがってDegunorm合金と比較してはるかに複雑でない調製手順を必要とする金合金である。具体的には、Gold Core 75 (登録商標) 合金は、空气中または減圧下870℃～885℃で5～7分間脱気すると、コーピングの外観を損なうことなく適当な酸化物層を形成する。

【0013】

陶材中の高いカリウム含量は、白榴石の高い安定性を保証するために必須である。他のアルカリ元素(LiおよびNa)と相乗作用的に組合せた高い酸化カリウム含量は、比較的低いガラス転移温度(GTT)をも保証し、したがって、熱膨張率不整合クラッキングに対する耐性の増大および、わずかに低い膨張率の合金との適合性の増大を保証する。驚くべきことに、カリウム含量を増加すると、低GTTをもつ組成物の安定性が増すことを発見した。たとえば、実施例1は、比較例1よりはるかに安定であることが判明した(K_2O 含量を比較してほしい)。具体的には、実施例1の歯科用陶材は、優れた熱膨張安定性を有し、その焼成温度での5回の連続焼成の後も、同じ熱膨張率を維持している。比較例1の歯科用陶材は、多数回の焼成で熱膨張率およびオペーク性が変化することを発見した。

【0014】

オペークな(不透明な)組成物が、比較的低いガラス転移温度を所有すること、かつ合金との良好な結合形成を保証する合金上の酸化物層を形成する、ZnOおよび Ta_2O_5 のような元素を含むことが本発明にとって必須である。具体的には、Gold Core 75 (登録商標) 合金の酸化物層はZnOおよび Ta_2O_5 によって増大することが判明し、結合形成を改善するために同成分をオペーク処方に含めた。

【0015】

ボディ陶材およびインサイザル(incisal)陶材は、通例別々にオペーク陶材に塗布される。望ましくは、本明細書で使用されるボディ陶材およびインサイザ

ル陶材は、約 $17.2 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の平均熱膨張率を示す。

【0016】

本発明の好ましい一態様においては、 $25 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において約 $15.5 \sim 17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲の CTE を有する合金が修復物のための金属コアを製造するのに使用される。オペーク陶材がそれに塗布されるが、そこにおいて、CTE は、 $25 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度範囲において約 $16.9 \sim 17.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲であり、約 $16.9 \sim 17.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲の CTE を有するボディ陶材をそれに塗布する。オペーク体の CTE が合金の CTE およびボディ陶材の CTE の間にあることが望ましい。

【0017】

下記の例が本発明を例証する。

【0018】

(実施例)

ジェネリック／ペントロン（コネティカット州ウォーリングフォード）から入手可能な Bio-75G、GoldCore 75、GoldCore 55 および JewelCast 合金から鋳造されたコーピングおよびブリッジフレームは、超硬工具を用いて調製し、圧力 2 バールのアルミナ砂でサンドブラストし、約 5 分間水中で超音波洗浄した。下の焼成表に示した同様の脱気サイクルを、Bio-75G、JewelCast、GoldCore 55 および GoldCore 75 の鋳造（casting）のために使用した。脱気の後、酸化物層をサンドブラストで除去し、鋳造物は、水中で約 5 分間超音波洗浄した。実施例 3（表 6）の組成物のオペーク体は、2 枚の薄い被膜の形で塗布し、下表に示す焼成サイクルにしたがって焼成した。実施例 1 の組成物のボディ／インサイザル陶材は、完全輪郭の歯冠（クラウン）およびブリッジを造るのに用いられ、下の焼成チャートのとおり 5 回まで焼成した。

【0019】

上の合金から作った単一修復物の上にはクラックの発生は観察されなかった。しかし、陶材を Bio-75G から作ったブリッジフレームの上へ焼成したとき、ポンティック領域にクラックが発見された。GoldCore 75、Gol

dCore 55およびJewelCastから作られた単一および複数ユニットの修復物は、多数回の焼成でクラッキングを示さなかった。

【表7】

華氏温度 (F°) による焼成チャート

	脱気サイクル	オペーク焼成 (薄膜2枚)	OPC Low Wear 第1焼成	OPC Low Wear 第2焼成	OPC Low Wear 第3～第5 焼成
前乾燥、分	0	6	6	6	6
低温、°F	1200	600	1000	1000	1000
高温、°F	1625	1600	1575	1550	1550
速度、 °C/分	100	75	75	75	75
真空	100%	100%	100%	100%	100%
真空オン、 °F	1200	750	1000	1000	1000
真空オフ、 °F	1625	1500	1525	1500	1500
保持、分	真空で5分	0	0	0	0
冷却、分	0	0	0	0	0

【表8】

摂氏温度 (°C) による焼成チャート

	脱気サイクル	オペーク焼成 (薄膜2枚)	OPC Low Wear 第1次焼成	OPC Low Wear 第2次焼成	OPC Low Wear 第3～5次 焼成
前乾燥、分	0	6	6	6	6
低温、°C	650	316	538	538	538
高温、°C	885	871	857	843	843
速度、 °C/分	55	42	42	42	42
真空	100%	100%	100%	100%	100%
真空オン、 °C	650	399	538	538	538
真空オフ、 °C	885	816	829	816	816
保持、分	真空で5分	0	0	0	0
冷却、分	0	0	0	0	0

【0020】

歯科用修復物に加えて、上にリストされた合金から結合フラグを鋳造した。オペーク体の2枚の薄膜（実施例3の組成物）を使用し、結合フラグの上で焼成した。結合フラグはプライヤーを使って曲げ、オペーク体の碎かれる屈曲部に沿って曝露された金属表面を、光学立体顕微鏡を使って10倍に拡大して調べた。オペーク体－金属界面に沿った断面は、大部分は粘着性であると判明した。すなわち、金属表面の実質的な部分は合金およびオペーク体の間の良好な結合形成を示

すオパーク体によって被覆されていた。観察された被覆領域は、他の金属-陶材システムと同等であり、したがって、十分であると考えられた。結合強度は、ISO-9693「金属-セラミック結合試験（Schwickerathクラック開始試験）」にしたがって定量した。下表は式 $\tau_b = k \cdot F_{fail}$ から計算した結合強度を示す。

ここにおいて、 τ_b は解離／クラック開始強度、

k は金属基質の厚さおよび使われた金属材料のヤング率の値の関数、そして

F_{fail} は破断力である。

【表9】

試料	厚さ (mm)	弾性率 (GPa)	負荷 (Lbs)	F(fail) ニュートン	K	τ_b (MPa)
gold core 75	0.55	12.5	2.81	12.49950291	3.6	44.99821048
gold core 75	0.54	12.5	2.262	10.06187743	3.75	37.73204037
gold core 75	0.55	12.5	1.81	8.051281235	3.65	29.38717651
gold core 75	0.55	12.5	3.02	13.43362946	3.65	49.03274754
gold core 75	0.55	12.5	2.78	12.36605626	3.65	45.13610535
平均値				0		41.25725605
標準偏差				0		7.791412161
gold core 55	0.5	15.12	1.42	6.316474781	4.1	25.8975466
gold core 55	0.5	15.12	1.07	4.759597194	4.1	19.5143485
gold core 55	0.52	15.12	2.88	12.81087843	3.8	48.68133803
gold core 55	0.5	15.12	1.68	7.473012417	4.1	30.63935091
gold core 55	0.47	15.12	1.51	6.716814732	4.7	31.56902924
gold core 55	0.47	15.12	0.98	4.359257243	4.7	20.48850904
平均値				0		29.46502039
標準偏差						9.724481694

【0021】

認められるように、本発明はPFM修復物の製造に使用される合金に適合する陶材組成物を提供する。該陶材は、それが塗布される金属の膨張係数（CTE）に実質的に等しいかまたはそれよりわずかに高いCTEを示す。該陶材は、2フ

リット組成物の混合物から作られる。白榴石を含む高膨張率フリットを、低温溶融のガラスフリットと組合せることにより、25～500℃の温度範囲において $16.9 \sim 約 18 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲の膨張率を有する陶材が提供される。2種類のフリットを結合することによって、膨張率および焼成温度を容易に制御することができる。

【0022】

本発明の種々の説明が上に記載されているが、種々の特徴は単独でまたはそのあらゆる組合せにおいて使用できると理解すべきである。したがって、本発明はここで表示される特に好ましい態様だけに限定されるべきでない。

【0023】

さらに、本発明の意図および範囲の中での変更および修正は、本発明に関連する技術の熟練者が気付くことができると理解されるべきである。したがって、本発明の範囲および意図の範囲内にある本明細書に示された開示から、本技術の熟達者によって容易に達成できる全ての好都合な修正は、本発明の更なる実施例として含まれるべきである。したがって、本発明の範囲は、添付の特許請求の範囲において示されるように定義される。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 A61K6/02 C03C10/00		Intern. Appl. No. PCT/US 00/40296
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 A61K C03C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 653 791 A (DIMEGLIO LISA M ET AL) 5 August 1997 (1997-08-05) column 2, line 9 - column 3, line 51 column 5, line 20 - line 56 claims; tables	1,4-8, 10-13
X	EP 0 518 454 A (IVOCLAR AG) 16 December 1992 (1992-12-16) page 2, line 49 - page 3, line 2 page 3, line 17 - line 23 page 3, line 49 - line 51	1
X	EP 0 870 479 A (MEGADENTA GMBH DENTALPRODUKTE) 14 October 1998 (1998-10-14) column 4, line 10 - line 20	1
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "S" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 10 November 2000		Date of mailing of the international search report 20/11/2000
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5018 Patenklee 2, NL - 2200 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 051 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3018		Authorized officer Cousins-Van Steen, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Appl. No.
PCT/US 00/40296

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 99 18910 A (JENERIC PENTRON INC ;PANZERA CARLINO (US)) 22 April 1999 (1999-04-22) page 5, line 11 -page 7, line 3 page 11, line 1 - line 10	1-13
A	WO 95 11866 A (MINNESOTA MINING & MFG) 4 May 1995 (1995-05-04)	
A	US 5 453 290 A (VAN DER ZEL JOSEPH M) 26 September 1995 (1995-09-26) cited in the application	
A	EP 0 272 745 A (AMERICAN THERMOCRAFT CORP) 29 June 1988 (1988-06-29)	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern. Appl. No.
PCT/US 00/40296

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5653791 A	05-08-1997	AU 1621397 A	22-01-1998
		CA 2199569 A	12-09-1997
		EP 0795311 A	17-09-1997
		JP 10036137 A	10-02-1998
		US 5944884 A	31-08-1999
EP 0518454 A	16-12-1992	DE 4119483 A	24-12-1992
		AT 126049 T	15-08-1995
		AU 650338 B	16-06-1994
		AU 1739592 A	17-12-1992
		CA 2070691 A	14-12-1992
		DE 59203186 D	14-09-1995
EP 0870479 A	14-10-1998	DE 19714178 A	08-10-1998
WO 9918910 A	22-04-1999	AU 9802698 A	03-05-1999
WO 9511866 A	04-05-1995	US 5622551 A	22-04-1997
US 5453290 A	26-09-1995	NL 9001986 A	01-04-1992
		AT 110254 T	15-09-1994
		DE 475528 T	25-02-1993
		DK 475528 T	19-09-1994
		EP 0475528 A	18-03-1992
		ES 2059042 T	01-11-1994
		JP 4230611 A	19-08-1992
EP 0272745 A	29-06-1988	US 4798536 A	17-01-1989
		AT 75137 T	15-05-1992
		CA 1272222 A	31-07-1990
		DE 3778513 A	27-05-1992
		JP 63287709 A	24-11-1988
		JP 1882859 C	10-11-1994
		JP 6000662 B	05-01-1994
		JP 63265856 A	02-11-1988

フロントページの続き

(72)発明者 パンゼラ ポール

アメリカ合衆国 ニュージャージー州 マ
ウント ホーリー ミドルタウン ドライ
ブ 1

F ターム(参考) 4C089 AA09 BA01 BA02 BA03 BA04
BA05 BA06 BA07 BA10 BA12
BA20 CA02
4G062 AA08 AA09 BB01 BB07 DA01
DA02 DA03 DA05 DA06 DA10
DB01 DB04 DC01 DC02 DD01
DE01 DE02 DE03 DF01 EA01
EA10 EB01 EB03 EC01 EC04
ED01 ED02 ED03 EE01 EE02
EE03 EF01 EG01 EG02 FA01
FA10 FB01 FB02 FB03 FC01
FC02 FC03 FC04 FD01 FE01
FE02 FE03 FE04 FF01 FG01
FH01 FH02 FH03 FJ01 FK01
FL01 FL02 GA01 GA10 GB01
GC01 GD01 GE01 GE02 HH01
HH03 HH05 HH07 HH09 HH11
HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01
JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01
KK03 KK05 KK07 KK10 MM20
NN29